

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平1-314723

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

D 01 F 6/62  
1/10  
6/92

識別記号

3 0 6  
3 0 1

庁内整理番号

F-6791-4L  
6791-4L  
M-6791-4L  
Q-6791-4L

⑭ 公開 平成1年(1989)12月19日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 遠赤外線放射ポリエステル繊維

⑯ 特 願 昭63-146360

⑰ 出 願 昭63(1988)6月13日

⑱ 発 明 者 風 比 佐 志 岡山県倉敷市玉島乙島7471番地 株式会社クラレ内

⑲ 発 明 者 竹 内 信 亮 岡山県倉敷市玉島乙島7471番地 株式会社クラレ内

⑳ 出 願 人 株 式 会 社 ク ラ レ 岡山県倉敷市酒津1621番地

㉑ 代 理 人 弁 理 士 本 多 堅

明 細 書

1. 発明の名称

遠赤外線放射ポリエステル繊維

2. 特許請求の範囲

(1) 平均粒径が $2\mu\text{m}$ 以下の酸化チタン( $\text{TiO}_2$ )および平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以下のシリカ( $\text{SiO}_2$ )を合計で5~15重量%含有しており、かつ、酸化チタンとシリカの割合が $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2=8/1\sim 1/4$ (重量比)であることを特徴とする遠赤外線放射ポリエステル繊維。

3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は、遠赤外線を放射する新規なポリエステル繊維に関するもので、特にふとん綿、カーベット、肌着内地、防寒着等の用途に用いた場合好ましい保温効果を示すポリエステル繊維に関するものである。

<従来の技術>

遠赤外線を用いて物体を加熱する場合の特徴としては、放射特性が極めて強く、被加熱物体は直

接加熱され中間に空気層があっても阻害されず、被加熱物体の表面と内部との熱伝達時間差が少なく、全体がほとんど同時に加熱されることおよび有機高分子化合物に対する加熱効果が高く、人体に対する暖房感覚が柔らかであることが挙げられる。このような特徴を利用して、加熱、乾燥用としての産業用のほか、民生用としての暖房器具に加えて遠赤外線サウナや温灸器として医療および保健面などの用途が開発されている。

遠赤外線放射源用の材料としては、有機化合物の赤外線吸収剤も知られているが金属酸化物の中でも優れているものの一つに挙げられている。実際、耐熱性、遠赤外線吸収特性と整合のとれた放射特性をもつ金属酸化物は、今日、遠赤外線ヒーターや遠赤外線染料として量産されている。

尚、人体に対して効果のある好ましい遠赤外線の波長は、3~20ミクロン( $\mu\text{m}$ )と言われており、この波長域のものを放射する素材が良好なものである。

<発明が解決しようとする課題>

金属酸化物を用いた繊維製品は、特開昭61-12908号公報及び特開昭62-238811号公報等において公知である。前者に用いられている金属酸化物は、ジルコン( $ZrO_2 \cdot SiO_2$ )、チタニア( $TiO_2$ )を主成分とし、これに必要な応じてマンガン酸化物( $MnO_2$ )、酸化鉄( $Fe_2O_3$ )、酸化コバルト( $CoO$ )、酸化ニッケル( $NiO$ )、酸化クロム( $Cr_2O_3$ )を適宜添加し、1100~1700℃で焼成し、粉碎したセラミックスの微粉を用いており、従者はアルミナ、マグネシア、ジルコニア、ムライト( $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ )の粉末を用いている。しかしながら、従来技術において用いられているセラミックスは、高価であるばかりでなく硬度が高いため $1\mu m$ 以下の粒径にするために、粉碎費がかなりかかるというコストデメリットがあった。又、従来の遠赤外線放射ポリエステル繊維は紡糸時の曳糸性に問題があった。

本発明者等は、こうした欠点を改善すべく鋭意研究すると同時に人体に対して最も有効な3~20 $\mu m$ の遠赤外線を放射する特定粒径の酸化チタン

およびシリカ粉末をポリエステル繊維に対して特定量含有させることによって人体に有効な遠赤外線放射特性を有し、かつ紡糸調子の良好なポリエステル繊維が得られることを見出し本発明に到達した。

#### <課題を解決するための手段>

即ち、本発明は、平均粒径が $2\mu m$ 以下の酸化チタン( $TiO_2$ )および平均粒径が $1\mu m$ 以下のシリカ( $SiO_2$ )を合計で5~15重量%含有しており、かつ、酸化チタンとシリカの割合が $TiO_2/SiO_2 = 8/1 \sim 1/4$ (重量比)であることを特徴とする遠赤外線放射ポリエステル繊維である。

本発明においてポリエステルは、特に限定されることはなく、繊維形成能を有するポリエステルであればよい。又、ポリエステルはDMT法、直接重合法のどちらの方法で製造されるものでもよく、重合成分としては、例えば、テレフタル酸、イソフタル酸、5-ナトリウムスルホイソフタル酸、アジピン酸、セバシン酸、またはそれらのエステル類等のジカルボン酸成分を用いることがで

-3-

き、グリコール成分としては、エチレングリコール、1,4-ブチレングリコール等の脂肪族グリコール、あるいは、脂肪族グリコールの一部をジエチレングリコール、プロピレングリコール、ポリアルキレングリコール等に置き換えて用いることができる。更にオキシ酸やポリオール等も適宜共重合可能である。本発明におけるポリエステルは安定剤、染料や顔料などの着色剤等通常のポリエステル繊維に適用される改質剤や機能性付与剤を含んでいてもよい。

本発明で使用する酸化チタン(以下、単に $TiO_2$ と記すこともある。)は、平均粒径が $2\mu m$ 以下であり、好ましくは、 $1\mu m$ 以下がよい。 $2\mu m$ より大きくなると凝集しやすくなったり、あるいは、可紡性の点で問題が発生し易くなる。また、本発明で使用する酸化チタンは $Al_2O_3$ 、 $SiO_2$ 、 $P_2O_5$ 、 $Fe_2O_3$ 、あるいは $K_2O$ 等で表面を被覆させたものを用いてもかまわない。

また本発明で使用するシリカ(以下、単に $SiO_2$ と記すこともある。)は、平均粒径が $1\mu m$ 以下で

-4-

あり、好ましくは1~100ミリミクロンのものがよく中でも微粒子が単粒子状で存在するコロイダルシリカの使用が推奨される。このコロイダルシリカとは、ケイ素酸化物を主成分とする微粒子が水または単価のアルコール類またはジオール類またはこれらの混合物を分散媒としてコロイドとして存在するものを言う。

本発明における平均粒径とはメジアン径(積算分布曲線の50%に相当する粒子径)であり、粉碎された微粉末の分散希釈液について光の透過率を測定して求められる光透過法によるものであり、例えば、具体的には(株)セイシン企業製のミクロン・フォトサイザーSKC-2000Sを用いて測定されるものである。

本発明においては、ポリエステル中で酸化チタンとシリカの合計量が5~15重量%であることが重要である。これらの微粉末の含有量が5重量%未満では遠赤外線の放射効果は僅かであるが5重量%以上で遠赤効果が増大する。しかし15重量%を超えると繊維化が困難になったり、繊維物性が

-5-

-6-

劣ってくる。また含有する酸化チタンとシリカの重量割合は、 $TiO_2/SiO_2 = 8/1 \sim 1/4$ さらに好ましくは、 $6/1 \sim 5/5$ の重量割合がよい。これらの範囲を外れた場合、人体に有効である遠赤外線放射の波長域（ $3 \sim 20 \mu m$ ）での効果は低くなる。また、 $TiO_2/SiO_2$ が $8/1$ よりも大きくなると、即ちシリカの量が少な過ぎると曳糸性が悪くなる傾向にある。

特に、本発明においては酸化チタンとシリカを併用する点に大きな特徴がある。これらのうち、いずれが欠けても十分な遠赤外線放射効果は得られない。これは、酸化チタンとシリカが互いに放射効率の悪い部分を補って全体として人体に対して最も有効な波長域である $3 \sim 20 \mu m$ の範囲の遠赤外線を満遍無く効率よく放射する為であると想像される。

更に、一般的に無機粒子の相当量配合されたポリエステルを溶融紡糸する際には切糸など曳糸性が悪くなるという重大な欠点を有していたのであるが、意外にも、シリカを酸化チタンと併用した

場合は、酸化チタン単独使用時よりも曳糸性に改善が認められた。

本発明のポリエステル繊維の製造方法は従来公知の、無機粒子をポリエステル繊維に配合および/または付着する方法をそのまま適用することが可能である。例えば、

(1) 染液に微粉末を添加して染色する方法

(2) 紡糸液へ微粉末を添加する方法

(3) 重合工程で微粉末を反応系へ添加する方法等がある。

ここで、(1)の方法は、微粉末を繊維表面上に付着させるものである。曳糸性については特に問題はないが、微粉末が脱落し、遠赤外線放射性能が漸次低下し易い。尚、「付着」は本発明でいう「含有」に含まれるものである。また、(2)の方法は、重合終了後に微粉末を添加するものであるが、この場合の添加は、溶剤なしで混合するため、巨大な粒子となり、紡糸口金のフィルター詰り、あるいは、単糸切れ等を起こし易い。

本発明においては、優れた遠赤外線放射効果と

-7-

良好な紡糸調子の両立を図るものである。この方法、即ち、ポリエステルの製造時重合反応完了までに酸化チタンおよびシリカの微粉末を反応系に添加することが好ましく、特に、エステル化から重合反応完了までの間に添加することが好ましい。この時期に酸化チタン、シリカを添加して得られたポリエステル繊維は、繊維内部でこれらの微粉末が凝集することなく均一に分散されている。これに対し、従来方法のように、溶融紡糸原液に酸化セラムックスを混練したものは、前述したように酸化セラムックスの微粉末が凝集して巨大な粒子となり易いので、良好な紡糸調子を得ることができず、単糸切れ、あるいは、ローラー捲付き等が発生してあまり好ましくない。

酸化チタン、シリカの添加方法としては、例えば、予めジカルボン酸成分とジオール成分とのスラリー中にこれらの微粉末を加えておいて該スラリーをエステル化槽へ供給する方法と、これらの微粉末を直接エステル化槽へ供給する方法とがあ

-8-

る。前者の場合、微粉末は先ずジオール成分と混合し、十分に攪拌した後にジカルボン酸成分と混合し、スラリーとするのが好ましい。なお、酸化チタンとシリカは、それぞれ別にジオール成分に添加しておいてほうが取扱性の点で有利である。

かかる方法で製造して得られるポリエステル繊維は微粉末が繊維中で高濃度でしかも高い分散状態で存在し、特に耐久性のある遠赤外線放射効果を発揮できる。

尚、本発明において溶融紡糸そのものは、従来公知の溶融紡糸の装置等をそのまま利用して行うことが可能である。

このようにして得られる本発明の遠赤外線放射ポリエステル繊維は、優れた保温効果を有するのである。例えばふとん綿、カーベツト、防寒着、肌着、座ぶとん等の用途が考えられる。

#### <実施例>

次に実施例をもって本発明を説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

実施例1～5、比較例1～5

実施例、比較例に用いた酸化チタンは0.8～0.05 $\mu$ mの粒径分布(平均粒径0.3 $\mu$ m)をもつチタン工業社製の市販品で顔料用の酸化チタンである。また、シリカは10～20ミリミクロンの範囲の粒子径分布(平均粒径14 $\mu$ m)をもつ濃度20重量%の水系シリカゲルである。これらの酸化チタンとシリカを所定の濃度となるよう室温でエチレングリコールに混合し、十分攪拌した後、テレフタル酸と該テレフタル酸とのモル比が1.2となるように調整して混合し、スラリーを作成した。このスラリーをエステル化槽に連続的に供給してエステル化を行いエステル化率98%のエステル化物を得、続いて重合を行い、ポリエステルを得た。尚、重合触媒は、 $Sb_2O_3$ を使用した。このようなポリマーの製造法にしたがい、酸化チタン、シリカの添加量も変更した。

公知の方法により、紡糸延伸を行い極限粘度 $[\eta]$ 0.84、繊維長6デニール、繊維長64mmの中空ふとん糸タイプの遠赤外線放射ポリエステル繊維を得た。

-11-

(比較例4)。

&lt;発明の効果&gt;

本発明によれば、紡糸調子が極めて良好で、得られた繊維の物性も殆ど損われず、しかも優れた遠赤外線放射特性を有するポリエステル繊維を得ることが可能となった。

以下余白

表 1 紡 糸 結 果

	TiO <sub>2</sub> , SiO <sub>2</sub> の含有率(%)		繊維物性				$\Delta T^*$ ℃
	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	融点 ℃	強度 g/d	延伸度 %	分度 5.9 wt%	
実施例1	4	2	6.2	3.8	43	5.8	0.8
" 2	7	1	6.3	3.8	40	5.8	1.5
" 3	5	5	6.3	3.7	41	10.1	1.4
" 4	8	2	6.4	3.7	43	9.3	2.4
" 5	12	2	6.2	3.8	44	9.1	3.3
比較例1	4	0	6.2	3.6	43	4.0	0.4
" 2	0	4	6.2	3.9	42	3.9	0.3
" 3	3	1	6.2	3.9	42	4.0	0.3
" 4	12	6	紡糸	紡糸	紡糸	紡糸	-
" 5	0.4	0	6.2	3.9	44	0.4	0

\* サーマーモグニア装置による測定結果[比較例5(対照)との温度差:  $\Delta T^*$ ℃]

なお、ポリエステルの極限粘度 $[\eta]$ は、フェノールと四塩化エタンとの等重量混合物を溶媒として、温度30℃で測定した溶液粘度から換算して求めた値である。

遠赤外線放射効果の評価方法としては、赤外線映像処理装置(商品名サーモグニア: 日本電子(株)製)を用いて試料の発する温度を測定した。すなわち、黒体熱板上に測定試料および対照試料を載せ、試料の真上の位置にカメラを設置し、20分放置後、スクリーン上のそれぞれの試料の温度表示を読みとった。評価は対照試料(TiO<sub>2</sub> 0.4%含有繊維)に対し、どの程度高くなるか(温度差:  $\Delta T^*$ ℃)にて行なった。各種評価結果を第1表に示したが、本発明の製法による繊維は良好な繊維物性を有し、紡糸時の糸切れも全く認められず、かつ優れた遠赤外線放射特性を有するものであった。一方、比較例1～5では遠赤外線放射特性に劣り、特にシリカを含有していない系では洩糸性が悪く(比較例1)、TiO<sub>2</sub>およびSiO<sub>2</sub>の合計量が15wt%を超えてしまうと紡糸調子が不調であった。

-12-

-13-

-136-

-14-